

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-306405

(43) 公開日 平成9年(1997)11月28日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

H 0 1 J 37/20

識別記号

庁内整理番号

F I

H 0 1 J 37/20

技術表示箇所

E

審査請求 未請求 請求項の数10 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願平8-112297

(22) 出願日 平成8年(1996)5月7日

(71) 出願人 000005108

株式会社日立製作所

東京都千代田区神田駿河台四丁目6番地

(72) 発明者 堀田 重雄

埼玉県比企郡鳩山町赤沼2520番地 株式会  
社日立製作所基礎研究所内

(72) 発明者 葛西 裕人

埼玉県比企郡鳩山町赤沼2520番地 株式会  
社日立製作所基礎研究所内

(72) 発明者 吉田 高穂

埼玉県比企郡鳩山町赤沼2520番地 株式会  
社日立製作所基礎研究所内

(74) 代理人 弁理士 小川 勝男

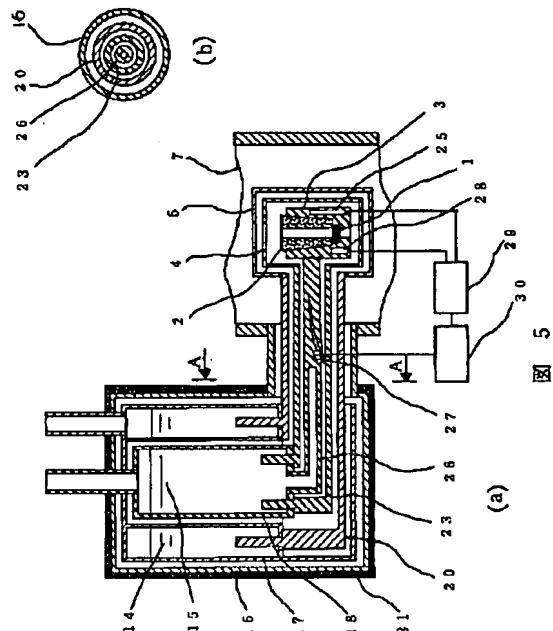
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 試料冷却装置

(57) 【要約】

【課題】 電子顕微鏡等の試料冷却装置の極低温化と温度を補償すること。

【解決手段】 液体窒素貯留容器17の内側に液体ヘリウム貯留容器18を設けた二槽構造の冷媒貯留容器16とし、液体ヘリウム貯留容器18に結合され独立した二つの第一、第二熱伝導部材23、26と液体窒素貯留容器17に結合された第三の熱伝導部材20を第一熱伝導部材23の外側に各々略筒状に包含し熱伝導と熱シールドを兼ね備える。第一熱伝導部材23は中空とし冷媒が流入するように形成するとともに熱伝導面積をピエゾ素子27で可変可能とする。試料1もしくは試料ホルダー2あるいは試料1もしくは試料ホルダー2を積載する冷却部材3にヒータ25および温度センサー28を設け、温度制御装置29とピエゾ素子駆動装置30を閉ループで制御することで任意の温度に設定制御し温度を補償する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】電子顕微鏡等の鏡体内に設置される試料もしくは試料ホルダーを搭載する試料ステージを複数の熱シールド層で包含し、その試料ステージと各々の熱シールド層を冷却するための冷媒貯留容器と、両者をつなぐ熱伝導部材からなる試料冷却装置において、冷媒貯留容器に熱伝導部材の一端が結合され、当該熱伝導部材の熱伝導部を複数の略筒状に分割し、複数の熱シールド層を兼ね、各々独立した熱伝導部材とすることを特徴とする試料冷却装置。

【請求項2】前記冷媒貯留容器と熱伝導部材の結合において、冷媒貯留容器に熱伝導部材の一端が結合され、かつ、当該熱伝導部材を略筒状の複数の熱伝導部で構成するように配置し、複数の熱シールド層を兼ね、各々独立した熱伝導部材とすることを特徴とする請求項1記載の試料冷却装置。

【請求項3】前記冷媒貯留容器と熱伝導部材の結合において、冷媒貯留容器に熱伝導部材の一端が冷媒貯留容器の中に突出し、冷媒と熱伝導部材とが直接接触するように構成したことを特徴とする請求項1記載の試料冷却装置。

【請求項4】前記冷媒貯留容器と熱伝導部材の結合において、熱伝導部材を中空とし冷媒貯留容器に充填された冷媒が熱伝導部材の中空部に流入し、冷媒が充填されるように構成したことを特徴とする請求項1記載の試料冷却装置。

【請求項5】前記試料もしくは試料ホルダーを冷却する第一熱伝導部材と第一熱伝導部材の外側に略筒状に設けられた第二熱伝導部材を1つの液体ヘリウム冷媒貯留容器に結合し、第二熱伝導部材の外側に略筒状に設けられた第三熱伝導部材を液体窒素冷媒貯留容器に結合するように構成し、熱シールド層を設けたことを特徴とする請求項1記載の試料冷却装置。

【請求項6】前記熱伝導部材を任意の位置で熱伝導面積を可変にすることにより熱伝導熱量を制御し、かつ、試料および試料ホルダーまたは前記試料および試料ホルダー搭載冷却部材に入熱機能および温度検出機能を設け、試料もしくは試料ホルダーの温度を制御補償することを特徴とする請求項1又は2記載の試料冷却装置。

【請求項7】前記熱伝導面積の可変部に、ピエゾ素子を設け、ピエゾ素子駆動により前記熱伝導面積可変部の熱伝導面積を制御し、かつ、試料および試料ホルダーまたは前記試料および試料ホルダー搭載冷却部材に入熱機能および温度検出機能を設け、試料もしくは試料ホルダーの温度を補償することを特徴とする請求項6記載の試料冷却装置。

【請求項8】前記熱伝導部材を任意の位置で分割し、前記熱伝導部材の分割部熱伝導面間の熱接触時間を制御し、かつ、試料および試料ホルダーまたは前記試料および試料ホルダー搭載冷却部材に入熱機能および温度検出機能を設け、試料もしくは試料ホルダーの温度を制御補

償することを特徴とする請求項1又は2記載の試料冷却装置。

【請求項9】前記熱伝導部材の分割部に、ピエゾ素子を設け、ピエゾ素子駆動により前記熱伝導部材の分割部熱伝達面間の熱接触時間を制御し、かつ、試料および試料ホルダーまたは前記試料および試料ホルダー搭載冷却部材に入熱機能および温度検出機能を設け、試料ホルダーの温度を補償することを特徴とする請求項7記載の試料冷却装置。

10 【請求項10】前記液体ヘリウム冷媒貯留容器の外側に液体窒素冷媒貯留容器を設け、液体窒素冷媒貯留容器に熱接触した熱シールド部材で液体ヘリウム冷媒貯留容器を包含し、液体ヘリウム冷媒貯留容器および液体窒素冷媒貯留容器を包含する冷媒容器に断熱支持固定し、冷媒容器外周に制振材を設け冷媒の蒸発による振動および冷媒容器外面より受ける音波等の空気振動を低減することを特徴とする請求項5記載の試料冷却装置

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

20 【発明の属する技術分野】本発明は電子顕微鏡等の真空容器内に試料を設置する装置と組み合わせて使用する極低温試料冷却装置に関するものである。

【0002】

【従来の技術】従来の電子顕微鏡等の極低温試料冷却装置として、例えば、特開63-32847号公報に記載のように、5K以下の極低温領域まで試料冷却可能な装置がある。

【0003】図1は従来の電子顕微鏡等の極低温試料冷却装置の構成を示したものである。

30 【0004】試料1もしくは試料ホルダー2と熱接触して極低温に冷却する第一冷却部材3と第一冷却部材3を略筒状に取り囲み熱シールドを行う第二および第三の冷却部材4、5で構成された試料ステージ6を電子顕微鏡鏡体7内に設置し、電子顕微鏡鏡体7外に互いに独立で、前記第一冷却部材3を冷却する第一の液体ヘリウム貯留容器8と、熱シールドを行う第二および第三の冷却部材4、5を冷却する第二の液体ヘリウム貯留容器9および液体窒素貯留容器10が設置される。第一および第二の液体ヘリウム貯留容器8、9および液体窒素貯留容器10が各々第一の冷却部材3および第二、第三の冷却部材4、5とそれぞれ、第一熱伝導部材11および第二、第三の熱伝導部材12、13で結合され極低温まで試料の冷却を可能にしていた。このように、従来の極低温試料冷却装置では熱伝導および熱輻射により低温部に流入する熱量は、それと接触または相対する高温部の温度が低い程少ないことから試料1および試料ホルダー2と室温部分との間に約100Kに冷却された液体窒素冷却部材5を介在させ、さらに、100K以上の液体窒素冷却部材5と数Kの液体ヘリウム冷却部材3とが100度程度の温度差を持って接触または相対しないようにするため、

試料1および試料ホルダー2を冷却する液体ヘリウム冷却部材3と液体窒素冷却部材5との間に第二の液体ヘリウム冷却部材4を介在させて、試料1および試料ホルダー2を囲う三重熱シールド構造とし、上記三つの冷却部材を三つの冷媒貯留容器からそれぞれ三つの熱伝導部材を介して冷却する構造となっていた。しかし、この方式では、液体窒素貯留容器が一槽と液体ヘリウム貯留容器が二槽必要となり、熱伝導および熱輻射により低温部に流入する熱量の変化や、試料温度をヒータ等の入熱により任意に設定する場合には、液体ヘリウムの蒸発潜熱は液体窒素に比べて1/10と小さく、僅かな熱流入によって液体ヘリウムの消費量が大きく左右される。このことから、従来の液体ヘリウム貯留容器が二槽方式では各々の貯留容器の液体ヘリウム消費量が試料冷却の実験条件により異なることとなり、試料冷却可能（試料冷却実験）時間は二槽の液体ヘリウムの内の早く消費される側の液体ヘリウムによって決定されてしまう。このことは、高価な液体ヘリウムの有効活用ができず、液体ヘリウムを大量に消費することとなり経済性にも欠ける。また、液体ヘリウムを貯留容器に入れる作業が二度となり作業性にも欠ける。当然貯留容器の製作費も三つの貯留容器となり、冷媒容器が大型化するため製造価格が上がる等の問題点があった。さらに、冷媒の蒸発による振動および冷媒容器外面より受ける音波等の空気振動が熱伝導部材を介して試料もしくは試料ホルダーに伝達され電子顕微鏡等の性能を低下させていた。

#### 【0005】

【発明が解決しようとする課題】上記従来技術の極低温試料冷却装置では、冷媒と極低温試料冷却装置の冷却特性により冷却到達温度が決定され、高温側へ任意の温度に設定制御する場合、ヒータ等により試料もしくは試料ホルダーまたは積載する熱伝導部材に入熱を行うと冷媒の蒸発を早めることとなり、必然的に試料冷却保持時間が短縮されるばかりか高価な冷媒を大量に消費することになる。このため冷媒の消費を低減し経済性の向上を図る必要がある。また、液体ヘリウムの蒸発潜熱は液体窒素に比べて1:10と小さく僅かな熱流入によって二つの貯留容器の液体ヘリウムの消費量が異なり、二つの貯留容器の一方の液体ヘリウムの消費によって試料冷却保持時間が制限され二つの貯留容器に充填した液体ヘリウムが有効活用されない。

【0006】さらに、液体窒素貯留容器が一槽と液体ヘリウム貯留容器が二槽の冷媒容器構成になっていることから貯留容器に冷媒を充填するのに多大の時間を要するために、冷媒を充填する作業時間を短縮する必要がある。

#### 【0007】

【課題を解決するための手段】本発明は、極低温試料冷却装置の冷媒貯留容器を液体窒素貯留容器とその内側に設けられた液体ヘリウム貯留容器の二槽構造とし、液体

窒素貯留容器に結合された熱伝導部材の内側に液体ヘリウム貯留容器に結合された熱伝導部材を設け、この液体ヘリウム貯留容器に結合された熱伝導部の他端を二つに分割、または独立した二つの熱伝導部とし、熱伝導部を三層構造にする。さらに、試料もしくは試料ホルダーを冷却する熱伝導部材の熱伝導面積を可変に、あるいは、熱伝導部材を熱伝導面で分割し、分割部熱伝導面間の熱接触時間を制御することにより液体ヘリウムの消費量を制限し、試料および試料ホルダーまたは前記試料および試料ホルダー搭載冷却部材に入熱機能および温度検出機能を設け、試料もしくは試料ホルダーの温度を制御補償することが実現される。

【0008】液体窒素で冷却された熱伝導部材の内側に液体ヘリウムで冷却された二つの熱伝導部材を三層構造に包含構成し熱シールド層を設け、中間層に流入する熱を液体ヘリウムで吸熱する。さらに、試料もしくは試料ホルダーを冷却する冷却部材にヒータおよび温度センサーを設置し、熱伝導部材の熱伝導面積を可変に、あるいは、熱伝導部材を熱伝導面で分割し、分割部熱伝導面間の熱接触時間を制御することで高温側へ任意の温度に設定制御し温度を補償する。これにより、液体ヘリウムの消費量を低減する。

#### 【0009】

【発明の実施の形態】以下、本発明の一実施例を図を用いて説明する。

【0010】図2(a)は本発明の実施例で二槽構造の冷媒貯留容器に熱伝導部材が突出し結合され、低温側の冷媒貯留容器に結合された熱伝導部材の他端を二つの略筒状に分割、三層の熱伝導と熱シールドを兼ねた極低温試料冷却装置の構成図を、(b)は(a)の熱伝導部材のA-A断面図を示す。試料1もしくは試料ホルダー2は本冷却装置と熱接触して極低温に液体窒素14および液体ヘリウム15を用いて熱伝導によって冷却される。電子顕微鏡鏡体7外に設けられた冷媒貯留容器16は液体窒素貯留容器17の内側に液体ヘリウム貯留容器18を設け、液体窒素貯留容器に熱接触した熱シールド部材で液体ヘリウム貯留容器18を包含して、液体窒素貯留容器17および液体ヘリウム貯留容器18を各々断熱支持して冷媒貯留容器16に固定された二槽構造の冷媒貯留容器で構成する。試料1もしくは試料ホルダー2を冷却する第一冷却部材3は第二および第三の冷却部材4、5で略筒状に熱シールドされている。前記液体ヘリウム貯留容器18に第一熱伝導部材19の一端が結合され、この第一熱伝導部材19が略筒状に分割され前記第一冷却部材3および第二冷却部材4に結合され冷却される。液体窒素貯留容器17に結合された第二熱伝導部材20は略筒状で第一熱伝導部材19の外側に形成され第三の冷却部材5に結合され、第二冷却部材4に結合され前記第一熱伝導部材19とともに熱シールドが行われる。このように液体窒素貯留容器17と液体ヘリウム貯留容器1

8の二槽構造で構成することによって冷媒貯留容器16の容積を大きくすることなく液体ヘリウム貯留容器18の容積を大きくすることができる。さらに、試料1もしくは試料ホルダー2に熱伝導や輻射によって流入する外部入熱は蒸発潜熱の大きい(液体ヘリウム冷媒の約10倍)液体窒素冷媒14によって第一段階で吸収され液体窒素冷媒14の沸点より低温側は液体ヘリウム冷媒15によって吸収される。上記のことから試料1もしくは試料ホルダー2を冷却する第一冷却部材3と中間の熱シールドを行う第一冷却部材3とを液体ヘリウム貯留容器17に結合した第一熱伝導部材19の他端を略筒状に分割することで、第一冷却部材3と中間の熱シールドを行う第二冷却部材4および第一熱伝導部材19が受ける入熱を液体ヘリウム冷媒の蒸発潜熱として受け持ち第一冷却部材3と第二冷却部材4とに温度差を与えることができる。液体窒素貯留容器17および液体ヘリウム貯留容器18に結合された第一熱伝導部材19および第二熱伝導部材20の一部分を各々の冷媒容器の中に突出する事で冷媒との熱交換を容易にしている。また冷媒貯留容器16の外壁に制振材21を設け冷媒の蒸発による振動および冷媒容器外面より受ける音波等の空気振動を低減して試料への振動流入を低減する。

【0011】図3(a)は本発明の実施例で前記実施例の低温側の冷媒貯留容器に結合された熱伝導部材を二つの独立した略筒状で構成し、三層の熱伝導と熱シールドを兼ねた極低温試料冷却装置の構成図を、(b)は(a)の熱伝導部材のA-A断面図を示す。すなわち本例では、図1の実施例の液体ヘリウム貯留容器18に結合された第一熱伝導部材19を分割することなく各々独立した第一熱伝導部材22の外側に略筒状に第二熱伝導部材23を設け液体ヘリウム貯留容器18に結合する。これにより第一熱伝導部材22と第二熱伝導部材23との熱伝達系を分離することができ熱シールド特性および試料冷却到達特性を向上することができる。

【0012】図4(a)は本発明の実施例で前記実施例の低温側の冷媒貯留容器に結合された熱伝導部材を中空とし冷媒貯留容器に充填された冷媒が熱伝導部材の中空部に流入する構造の極低温試料冷却装置の構成図を、

(b)は(a)の熱伝導部材のA-A断面図を示す。本例の場合は、図3の実施例の液体ヘリウム貯留容器18に結合された第一熱伝導部材22を中空とし液体ヘリウム貯留容器18に充填された液体ヘリウム冷媒15が第一熱伝導部材24の中空部に流入し液体ヘリウム冷媒15が充填されるようにした。これにより極低温試料冷却装置の大型化により冷媒貯留容器16と冷却される試料3との距離が増大し熱伝導部材(20、23、24)が長くなっても試料冷却到達特性を低下させることがない。このとき第一熱伝導部材24の中空部に僅かの傾斜をつけ冷却冷媒の気化したガスを排出し易くすることができる。

【0013】図4の実施例では第一熱伝導部材24を中空としたが同様に第二、第三の熱伝導部材20、23を中空にし熱シールド特性および試料冷却到達特性をさらに向上させることができる。

【0014】図5(a)は本発明の実施例で前記実施例の低温側の冷媒貯留容器に結合された熱伝導部材の任意の位置で熱伝導面積を可変とし、温度制御と温度補償を可能にした極低温試料冷却装置の構成図を、(b)は

(a)の熱伝導部材のA-A断面図を示す。図のように、冷却された試料1もしくは試料ホルダー2の温度を高温側へ任意の温度にヒータ25等の入熱によって設定制御すると、入熱により冷却冷媒を蒸発させることとなる。冷媒の消費量を低減するため第一熱伝導部材26を分割し、分割部の熱伝導面積を可変にすることで伝熱量を制御し冷却冷媒を蒸発させることなく冷却された試料1もしくは試料ホルダー2の温度を高温側へ任意の温度に設定制御することができる。本実施例では第一熱伝導部材26の分割部にピエゾ素子27を設け、さらに、試料1もしくは試料ホルダー2の搭載された第一冷却部材3にヒータ25と温度センサー28を設け、温度制御装置29とピエゾ素子駆動装置30を閉ループで制御することで第一熱伝導部材26の分割部の熱伝導面積を可変にし、試料1もしくは試料ホルダー2の温度を任意に設定制御し温度が補償される。ピエゾ素子27によらず他の駆動手段の場合は第一熱伝導部材26に入熱がされないような駆動手段をとる必要がある。

【0015】図6(a)は本発明の実施例で前記実施例の低温側の冷媒貯留容器に結合された熱伝導部材の任意の位置で分割し、分割部熱伝導面間の熱接触時間を制御し、温度制御と温度補償を可能にした極低温試料冷却装置の構成図を、(b)は(a)の熱伝導部材のA-A断面図を示す。本図は、図5の実施例と目的を同様にした別の実施例である。冷却された試料1もしくは試料ホルダー2の温度を高温側へ任意の温度に設定制御するために、本実施例では第一熱伝導部材31の分割部にピエゾ素子32を設け、さらに試料1もしくは試料ホルダー2の搭載された第一冷却部材3にヒータ25と温度センサー28を設け、第一熱伝導部材31の分割部熱伝導面間の熱接触時間を温度制御装置29とピエゾ素子駆動装置30を閉ループで制御することで任意の温度に設定制御され温度が補償される。ピエゾ素子30によらず他の駆動手段の場合も図5の実施例と同様に、第一熱伝導部材31に入熱がされないような駆動手段をとる必要がある。

【0016】以上実施例で説明したが、実施例の略筒状に構成された熱伝導部材は製作上分割して製作し一体に結合する手段をとる場合は、熱伝導を十分考慮した手段をとる必要がある。

【0017】

【発明の効果】以上の結果、極低温試料冷却装置の冷却

到達温度を向上させるとともに、高温側への任意の温度に設定制御し温度を補償することができる。さらに、冷却冷媒の消費量、特に蒸発潜熱が小さくて高価な液体ヘリウムの消費量を削減でき、稼働コストを低減し試料冷却稼働時間の向上を図ることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】電子顕微鏡等の従来の極低温試料冷却装置の概略構成図。

【図2】(a)は本発明の一実施例を示す極低温試料冷却装置の構成図、(b)は(a)の熱伝導部材のA-A断面図。

【図3】(a)は本発明の他の実施例を示す極低温試料冷却装置の構成図、(b)は(a)の熱伝導部材のA-A断面図。

【図4】(a)は本発明の他の実施例を示す極低温試料冷却装置の構成図、(b)は(a)の熱伝導部材のA-A断面図。

【図5】(a)は本発明の他の実施例を示す極低温試料冷却装置の構成図、(b)は(a)の熱伝導部材のA-

A断面図。

【図6】(a)は本発明の他の実施例を示す極低温試料冷却装置の構成図、(b)は(a)の熱伝導部材のA-A断面図。

【符号の説明】

1：試料、2：試料ホルダー、3：第一冷却部材、7：電子顕微鏡鏡体、8：第一液体ヘリウム貯留容器、9：第二液体ヘリウム貯留容器、10：液体窒素貯留容器、11：第一熱伝導部材、12：第二熱伝導部材、13：第二熱伝導部材、14：液体窒素冷媒、15：液体ヘリウム冷媒、16：冷媒貯留容器、17：液体窒素貯留容器、18：液体ヘリウム貯留容器、19：第一熱伝導部材、20：第二熱伝導部材、21：制振材、22：第一熱伝導部材、23：第二熱伝導部材、24：第一熱伝導部材、25：ヒータ、26：第一熱伝導部材、27：ピエゾ素子、28：温度センサー、29：温度制御装置、30：ピエゾ素子駆動装置、31：第一熱伝導部材、32：ピエゾ素子。

【図1】

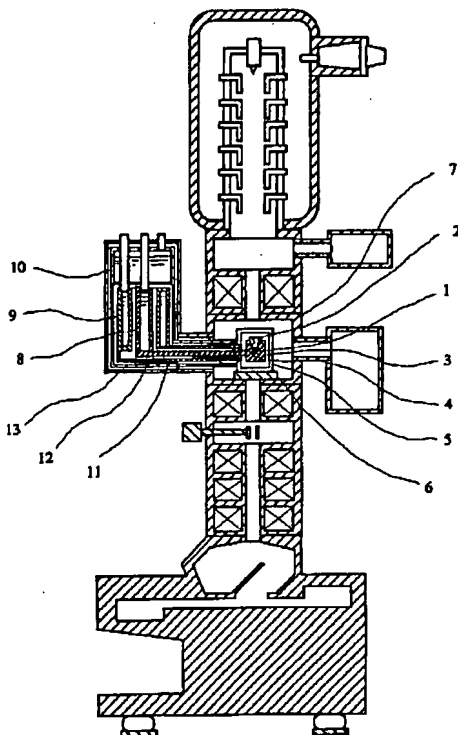


図 1

【図5】

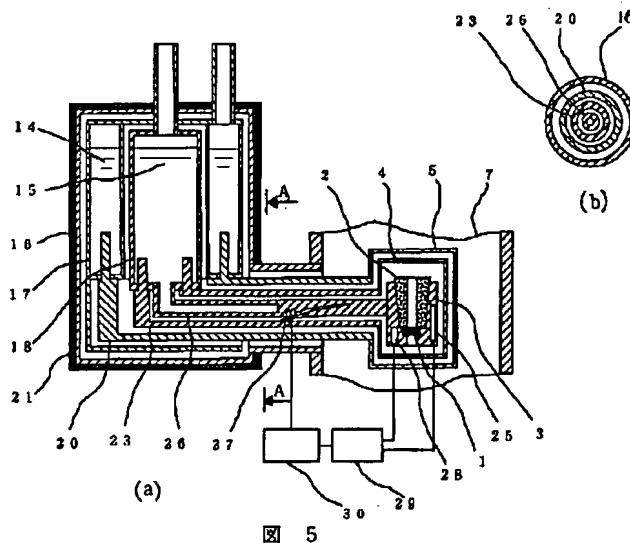


図 5

【図2】

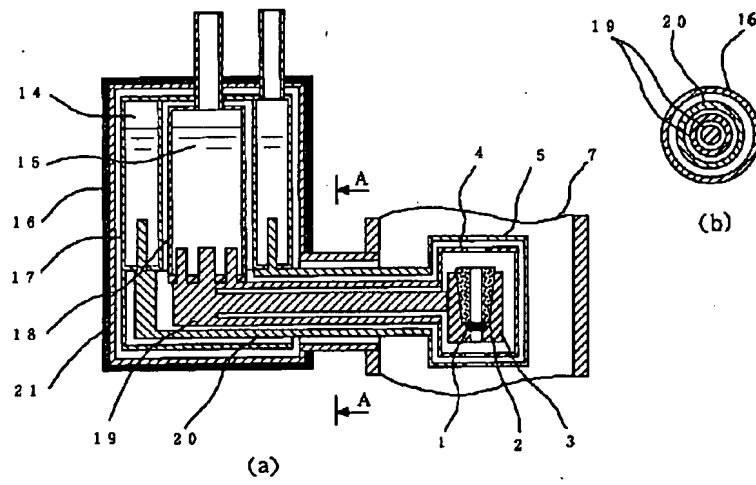
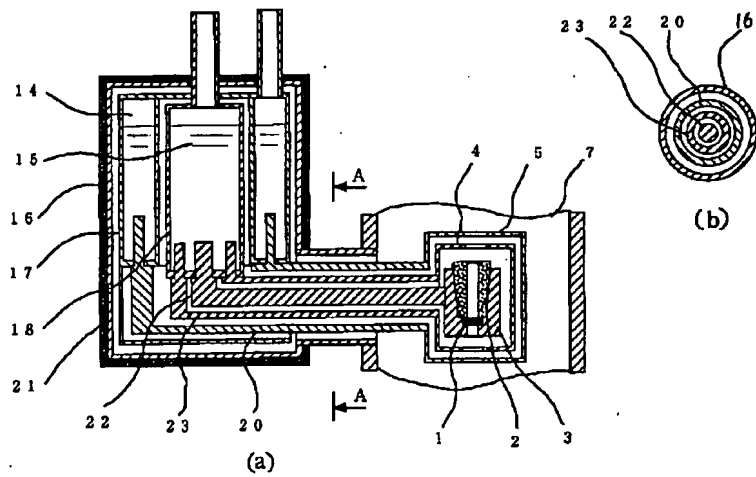


图 2

【図3】



3

【図4】

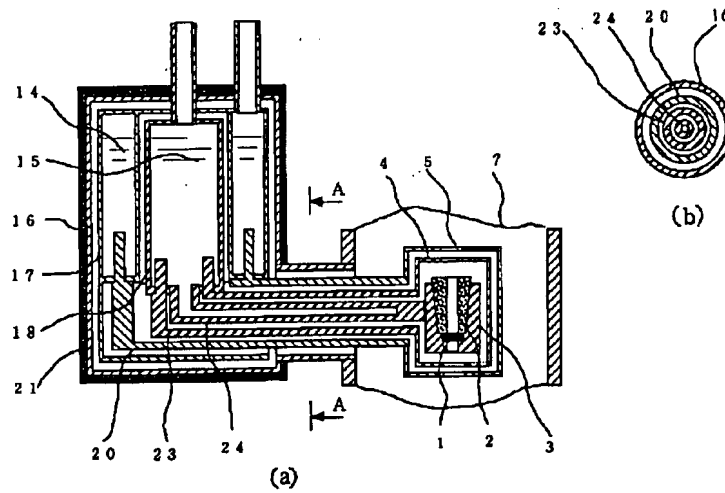


図 4

【図6】

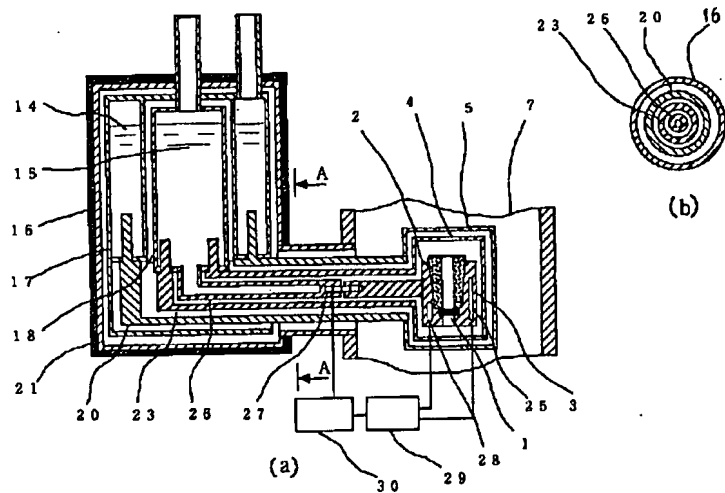


図 6

フロントページの続き

(72)発明者 松波 正吉  
埼玉県比企郡鳩山町赤沼2520番地 株式会  
社日立製作所基礎研究所内

(72)発明者 松田 強  
埼玉県比企郡鳩山町赤沼2520番地 株式会  
社日立製作所基礎研究所内

(72)発明者 川崎 猛  
埼玉県比企郡鳩山町赤沼2520番地 株式会  
社日立製作所基礎研究所内

(72)発明者 古津 忠夫  
埼玉県比企郡鳩山町赤沼2520番地 株式会  
社日立製作所基礎研究所内